

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 25 FEV. 2005

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

#### DOCUMENT DE PRIORITÉ

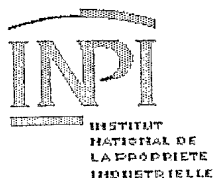
PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr





# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITE

26bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 Paris Cédex 08  
Téléphone: 01 53.04.53.04 Télécopie: 01.42.94.86.54

Code de la propriété intellectuelle-livre VI

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

DATE DE REMISE DES PIÈCES: N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL: DÉPARTEMENT DE DÉPÔT: DATE DE DÉPÔT:	Sylvie MELLUL-BENDELAC L'AIR LIQUIDE 75 quai d'Orsay 75007 PARIS France
Vos références pour ce dossier: S6438FRSMBMR	

<b>1 NATURE DE LA DEMANDE</b>	
Demande de brevet	
<b>2 TITRE DE L'INVENTION</b>	
	Equipement de réticulation ultraviolette sous atmosphère contrôlée
<b>3 DECLARATION DE PRIORITE OU REQUETE DU BENEFICE DE LA DATE DE DEPOT D'UNE DEMANDE ANTERIEURE FRANCAISE</b>	Pays ou organisation      Date      N°
<b>4-1 DEMANDEUR</b>	
Nom	L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE
Suivi par	MELLUL-BENDELAC Sylvie
Rue	75 quai d'Orsay
Code postal et ville	75007 PARIS
Pays	France
Nationalité	France
Forme juridique	Société anonyme
N° SIREN	552 096 281
Code APE-NAF	241A
N° de téléphone	01 40 62 57 53
N° de télécopie	01 40 62 56 95
Courrier électronique	sylvie.mellul-bendelac@airliquide.com

<b>5A MANDATAIRE</b>			
Nom	MELLUL-BENDELAC		
Prénom	Sylvie		
Qualité	Liste spéciale, Pouvoir général: 10568		
Cabinet ou Société	L'AIR LIQUIDE		
Rue	75 quai d'Orsay		
Code postal et ville	75007 PARIS		
N° de téléphone	01 40 62 57 53		
N° de télécopie	01 40 62 56 95		
Courrier électronique	sylvie.mellul-bendelac@airliquide.com		
<b>6 DOCUMENTS ET FICHIERS JOINTS</b>			
	Fichier électronique	Pages	Détails
Texte du brevet	textebrevet.pdf	17	D 14, R 2, AB 1
Dessins	dessins.pdf	7	page 7, figures 7, Abrégé: page 2, Fig.2
Désignation d'inventeurs			
Pouvoir général			
<b>7 MODE DE PAIEMENT</b>			
Mode de paiement	Prélèvement du compte courant		
Numéro du compte client	516		
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>			
Etablissement immédiat			
<b>9 REDEVANCES JOINTES</b>			
	Devise	Taux	Quantité
062 Dépôt	EURO	0.00	1.00
063 Rapport de recherche (R.R.)	EURO	320.00	1.00
Total à acquitter	EURO		320.00

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

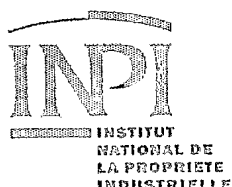
**Signé par**

Signataire: FR, L' Air Liquide SA, S.Mellul-Bendelac

Emetteur du certificat: DE, D-Trust GmbH, D-Trust for EPO 2.0

**Fonction**

L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE (Demandeur 1)



## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

### Réception électronique d'une soumission

Il est certifié par la présente qu'une demande de brevet (ou de certificat d'utilité) a été reçue par le biais du dépôt électronique sécurisé de l'INPI. Après réception, un numéro d'enregistrement et une date de réception ont été attribués automatiquement.

Demande de brevet : X

Demande de CU :

<b>DATE DE RECEPTION</b>	28 janvier 2004	
<b>TYPE DE DEPOT</b>	INPI (PARIS) - Dépôt électronique	<b>Dépôt en ligne: X</b>
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUE PAR L'INPI</b>	0450155	<b>Dépôt sur support CD:</b>
<b>Vos références pour ce dossier</b>	S6438FRSMBMR	

#### DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale	L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE
Nombre de demandeur(s)	1
Pays	FR

#### TITRE DE L'INVENTION

Equipement de réticulation ultraviolette sous atmosphère contrôlée

#### DOCUMENTS ENVOYES

package-data.xml	Requetefr.PDF	application-body.xml
Design.PDF	ValidLog.PDF	fee-sheet.xml
FR-office-specific-info.xml	Comment.PDF	textebrevet.pdf
dessins.pdf	indication-bio-deposit.xml	request.xml

#### EFFECTUE PAR

Effectué par:	S.Mellul-Bendelac
Date et heure de réception électronique:	28 janvier 2004 14:08:45
Empreinte officielle du dépôt	31:70:2F:6A:42:90:B9:28:45:88:33:2C:E5:F8:A5:8F:16:AD:67:F0

/ INPI PARIS, Section Dépôt /

SIEGE SOCIAL  
INSTITUT 26 bis, rue de Saint Petersbourg  
NATIONAL DE 75800 PARIS cedex 08  
LA PROPRIÉTÉ Téléphone : 01 53 04 53 04  
INDUSTRIELLE Télécopie : 01 42 93 59 30

L'invention concerne les installations dans lesquelles sont réalisées des opérations nécessitant un contrôle de l'atmosphère à l'intérieur d'une enceinte, et concerne en particulier le domaine des opérations de réticulation d'un enduit (par exemple une encre ou un vernis) par rayonnement Ultra Violet (« UV Curing » dans la littérature) ou par faisceau d'électrons (« Electron Beam » dans la littérature) en présence d'une atmosphère contrôlée, le plus souvent un mélange gazeux inerte, par exemple à base d'azote, de CO<sub>2</sub>, d'argon etc...ou de mélanges de tels gaz.

Il faut rappeler que l'utilisation de produits de transformation capables de durcir (réticuler) par rayonnements UV ou faisceaux d'électrons (EB), tels que les colles, les vernis de protection, les laques, les encres et les peintures, est largement répandue de nos jours dans l'impression et le vernissage de surface. En effet, par rapport aux produits conventionnels à base de solvants organiques et aqueux, ces produits présentent des avantages sur le plan technique (réticulation rapide, retrait de matière moindre, qualité du produit fini et nettoyage facile des clichés d'impression) et écologique (résines constituées de 100% de matière sèche et réduction de la consommation d'énergie).

L'étape de réticulation devant être industriellement réalisée en continu 24h/24, l'enceinte qui comprend une ou plusieurs lampes UV est un système ouvert. Par conséquent, le mécanisme de réticulation qui a lieu dans la zone irradiée par la lampe UV est réalisé dans l'air atmosphérique. Cette étape est réalisée industriellement à des vitesses de défilement allant de 10 à plusieurs centaines de m/min selon l'application.

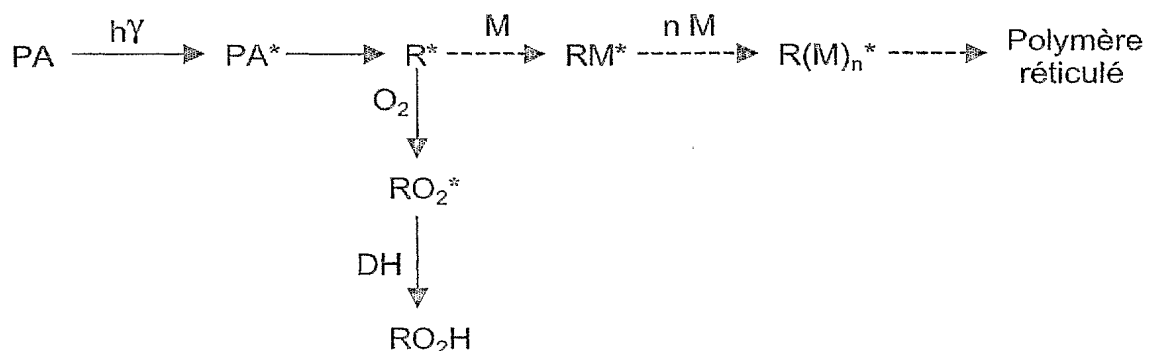
La majorité des produits qui réticulent par rayonnement UV sont des systèmes radicalaires. En plus des constituants chimiques de base, tels qu'un prépolymère, un diluant réactif et des additifs, la formulation contient un photoamorceur (PA). Ce photoamorceur, sous l'action des UV, génère des radicaux libres (étape a) qui vont initier les réactions de polymérisation radicalaire selon les différentes étapes décrites selon le schéma 1 ci-dessous. Les radicaux ( $R^*$ ) réagissent avec les fonctions réactives (M) du prépolymère et du diluant, et initient la réaction de polymérisation (étape b). Comme les fonctions réactives sont à la fois contenues dans le prépolymère

et le diluant, la propagation (étape c) de la réaction de polymérisation se développe dans les trois dimensions. De cette façon, la terminaison (étape d) de la chaîne polymérique conduit à un réseau polymérique fortement réticulé ( $R(M)_n$ ).



5 **Schéma 1:** Réactions de la photopolymérisation radicalaire d'une résine UV

Aujourd'hui, les équipements industriels ultra-violetts fonctionnent en système ouvert et ces réactions de photopolymérisation radicalaire se produisent à l'air atmosphérique. Or, tous les radicaux ( $R^*$ ,  $RM^*$  et  $R(M)_n^*$ ) intervenant dans le processus de réticulation sont très réactifs vis à vis de l'oxygène de l'air. Ces radicaux réagissent avec l'oxygène pour former des peroxydes ( $RO_2^*$ ) et des hydroperoxydes ( $ROOH$ ) réduisant ainsi l'efficacité des réactions de photopolymérisation radicalaire (voir schéma 2 ci-dessous).  
L'oxygène interfère à différents niveaux du mécanisme chimique décrit ci-dessus avec comme effet la réduction de la quantité de radicaux libres (étape a), l'empêchement de l'amorçage de la polymérisation (étape b) et la terminaison prématurée de la formation de chaînes polymériques (étape d).



20 **Schéma 2:** Réactions de l'inhibition de l' $O_2$  (DH est le diluant ou le prépolymère)

Ces phénomènes se produisent avec l'oxygène présent initialement dans la formulation et avec l'oxygène atmosphérique qui diffuse au cours de l'exposition UV à travers le film de la résine UV. L'oxygène peut ainsi ralentir ou inhiber totalement la réaction de polymérisation radicalaire. L'effet inhibiteur de l'oxygène est d'autant plus marqué que l'épaisseur des couches de résines UV est de faible épaisseur.

Les conséquences pratiques de ces phénomènes sont :

- la non polymérisation du revêtement UV,
- la formation de chaînes courtes, donc d'un film d'encre, d'adhésif, de vernis de qualité médiocre,
- la formation d'oligomères labiles, générateurs de dis-qualité (aspect, odeur, problèmes d'hygiène si contact alimentaire avec le substrat par exemple),
- la formation de peroxydes ( $RO_2^*$ ) et d'hydroperoxydes ( $RO_2H$ ) responsables en partie du jaunissement du produit.

On conçoit donc bien l'importance de la composition atmosphérique à l'intérieur d'une enceinte de réticulation de résines par rayonnements UV et plus particulièrement de l'absence d'oxygène dans la zone UV. Par conséquent, il est indispensable pour certaines applications de disposer d'un équipement capable de réduire considérablement la concentration d'oxygène à l'intérieur d'une enceinte UV, et plus spécifiquement dans la zone où ont lieu les réactions de photopolymérisation radicalaire. Cet équipement permettra d'optimiser l'étape de durcissement des résines UV.

On peut recenser un certain nombre de solutions existantes permettant de remédier aux inconvénients liés à la présence d'oxygène lors de la réticulation de résines UV.

Une première solution consiste à augmenter l'intensité des lampes UV afin d'augmenter la production des radicaux libres (selon la réaction a, schéma 1). Ces radicaux, produits en plus grande quantité, réagissent avec l'oxygène présent dans la zone réactionnelle et réduisent la concentration en oxygène de l'enceinte et donc l'effet inhibiteur de l'oxygène.

Cette solution, bien que facile à mettre en œuvre, entraîne une consommation d'électricité plus élevée et donc un coût énergétique



supplémentaire non négligeable car la puissance des lampes utilisées est habituellement d'environ 20 kW.

Une deuxième solution consiste à introduire dans la formulation des quantités élevées de photo-amorceurs et de molécules (synergistes) dont le rôle consiste à réagir avec, et donc éliminer, l'oxygène présent dans la zone réactionnelle. Même si ces produits sont de plus en plus performants, on estime que, dans les formulations courantes, 80% des photoamorceurs et des synergistes réagissent avec l'oxygène et servent donc à le détruire, les 20% restant servent à assurer la réticulation des résines UV.

Or, ces produits chimiques constituent la partie la plus onéreuse de la formulation et de plus, ils peuvent être nocifs et leur utilisation peut induire un jaunissement de la résine réticulée ainsi qu'une très forte odeur.

Enfin, une troisième solution consiste à éliminer l'oxygène résiduel présent dans la zone réactionnelle et à remplacer cet oxygène par un gaz inerte tel que l'azote. Cette solution nécessite de modifier l'enceinte, système ouvert, où a lieu la réticulation de la résine et à l'équiper d'un dispositif permettant d'opérer sous atmosphère contrôlée inerte. La réticulation de résines UV sous atmosphère contrôlée d'azote présente de multiples avantages puisque l'absence d'oxygène dans la zone UV permet d'augmenter la vitesse de réticulation, de réduire l'intensité lumineuse des lampes UV ou le nombre de lampes UV utilisées, de réduire la quantité de photoamorceurs et de synergistes introduits dans la formulation et de réduire la formation de sous-produits (tels que les peroxydes et les hydroperoxydes) tout en obtenant un produit fini de très grande qualité.

Par ailleurs il faut signaler que de telles conditions de travail sous atmosphère inerte présentent l'avantage de limiter la formation d'ozone dans l'enceinte.

Le document WO 0014468 a par exemple proposé un équipement qui permet de fonctionner avec environ 50 ppm d'oxygène résiduel dans la zone réactionnelle, à des vitesses atteignant plusieurs centaines de mètres par minute. Cet équipement est caractérisé par la présence de deux blocs d'injection de gaz placés en entrée et en sortie de l'enceinte UV. Chacun de ces blocs comprend deux systèmes d'injection de gaz ; la première injection,

placée aux extrémités de l'enceinte, a pour fonction de s'opposer à toute entrée d'air dans l'enceinte et la deuxième injection, placée vers l'intérieur de l'enceinte, a pour fonction de remplir l'enceinte avec de l'azote. Le premier système d'injection est une fente orientée de façon à ce que le flux de gaz soit dirigé vers l'extérieur de l'enceinte. Le deuxième système d'injection est un tube possédant des pores orientés de façon à ce que le flux de gaz soit dirigé vers l'intérieur de l'enceinte. La largeur de la fente ainsi que les angles d'orientation des deux systèmes d'injection sont modifiables et dépendent des conditions opératoires.

Toutefois, les débits de gaz nécessaires à une faible concentration en oxygène résiduel en fonction des vitesses utilisées sont très élevés (voire considérables). A titre d'exemple, à 200 m/min, la quantité d'azote doit être de 140 normaux m<sup>3</sup>/h pour une concentration inférieure à 50 ppm. De plus, le rejet d'une quantité élevée d'azote à l'extérieur de l'enceinte UV dans la zone de travail nécessite un système d'aspiration efficace pour éviter un risque d'asphyxie par anoxie.

On peut aussi signaler que la Demanderesse a proposé dans le document WO 02/40738 un équipement permettant le contrôle et la gestion des gaz lors d'opérations nécessitant un contrôle de l'atmosphère à l'intérieur d'une enceinte. Les opérations visées par ce document antérieur étaient notamment les traitements de surface par décharge électrique à pression atmosphérique en présence d'un mélange gazeux et sous atmosphère contrôlée, ou encore des opérations de type « UV et EB curing ». Selon ces travaux antérieurs, l'équipement recommandé comprend :

- des dispositifs d'entrée et de sortie attenants à l'enceinte pour s'opposer respectivement à une entrée d'air dans l'enceinte et à une sortie d'effluents gazeux de celle-ci ;
- un dispositif d'aspiration comportant une conduite débouchant dans l'enceinte ; et
- des moyens de régulation du débit de gaz aspiré par ledit dispositif d'aspiration afin de maintenir entre l'intérieur de l'enceinte et l'atmosphère environnante une différence de pression approximativement nulle.

Chacun des dispositif d'entrée et sortie est typiquement constitué (voir figure 1 ci-dessous, on peut aussi se reporter à la figure 2 dudit document WO 0240738) de trois composants positionnés en série et vus successivement par le substrat traité : un canal, une fente d'injection de gaz et un « labyrinthe ». La notion de « labyrinthe » est bien détaillée dans ce document antérieur, et concerne en fait un système de gorges ouvertes en vis-à-vis de l'espace intérieur (gap) du dispositif d'entrée (ou de sortie) concerné (dans lequel circule le substrat à traiter) et formant un labyrinthe.

Le canal, séparé de la fente d'injection de gaz par une cloison, est ouvert en vis-à-vis de l'espace intérieur du dispositif d'entrée ou de sortie concerné.

Le gaz (azote) injecté au travers de la fente va permettre de décoller la couche limite d'air entraîné à la surface du film. En effet, le labyrinthe en créant une zone de surpression (perte de charge élevée) dans le sens de défilement du film oblige l'azote à aller vers l'amont c'est à dire dans le canal. Ce phénomène est favorisé par une perte de charge plus faible au niveau du canal. Cette turbulence dans le canal crée une zone de faible dépression à la surface du film qui arrache la couche limite d'air situé à la surface du film. Puis le flux d'azote dans le canal devient laminaire et forme un effet piston qui s'oppose au flux d'air et le repousse. La combinaison de ces trois éléments (canal, couteau d'azote, labyrinthe) permet, en entrée, d'empêcher l'air d'entrer à l'intérieur de l'enceinte tout en minimisant la consommation d'azote. Le même joint labyrinthe placé en sortie permet d'empêcher les effluents gazeux de sortir de l'enceinte.

Cet équipement a montré une remarquable efficacité puisqu'il permet d'effectuer un traitement de surface de film en présence d'une concentration d'oxygène ne dépassant pas 50 ppm avec des débits d'azote acceptables.

L'utilisation de cet équipement antérieur pour réduire la concentration en oxygène lors de la réticulation de revêtements par des rayonnements UV a bien entendu été envisagée. Cependant il est apparu clairement que pour au moins les raisons suivantes, cet équipement n'était pas optimisé pour répondre à cet objectif technique : d'une part le procédé

de réticulation UV n'inclut pas de traitement de surface et ne nécessite donc pas l'injection d'un gaz de traitement à base d'azote à l'intérieur de l'enceinte. Mais d'autre part l'absence de formation d'effluents gazeux nocifs dans la zone UV ne rend pas indispensable l'utilisation d'un système d'aspiration central pour les évacuer, système d'aspiration qui est en général, en conséquence, absent de telles installations.

Il est donc apparu que des modifications sensibles de cet équipement antérieur étaient recommandées pour répondre à cette nouvelle problématique technique.

A titre illustratif, il a été réalisé un essai de contrôle de l'atmosphère sur un prototype industriel du type de celui représenté en figure 1, dans les conditions détaillées ci-après. Dans tout ce qui suit les débit de gaz seront exprimés en Normaux Litres par  $m^2$  de substrat traité (et non pas comme traditionnellement en  $m^3/h$ ), ce qui est très avantageux pour pouvoir comparer des machines à laizes différentes.

Les conditions opératoires adoptées sont donc les suivantes :

- la présence des dispositifs d'entrée-sortie à trois composants (canal, fente d'injection et labyrinthe) tels que décrits précédemment en relation avec la figure 1 ;

- aucune injection de gaz de traitement dans l'enceinte ;
- le système d'aspiration centrale était arrêté, de même que le système de régulation de la pression.

Dans de telles conditions opératoires, les essais ont consisté à mesurer la concentration d'oxygène à l'intérieur de l'enceinte et à environ 0,8 mm de la surface du rouleau en injectant environ 1,4 normaux  $l/m^2$  d'azote dans chaque dispositif d'entrée/sortie, avec une laize de 700 mm se déplaçant à des vitesses comprises entre 50 et 250 m/min. Les résultats des mesures montrent que la concentration en oxygène se situe entre 6000 et 8000 ppm selon la vitesse utilisée (ces résultats sont représentés sur la figure 4 ci-dessous). L'utilisation de débits d'azote plus élevés (3,25 Normaux litres/ $m^2$  dans chaque dispositif d'entrée/sortie) permet de réduire cette concentration à environ 3000 ppm.

Les résultats montrent clairement que l'utilisation de ces dispositifs antérieurs ne permet pas l'obtention d'une concentration résiduelle en oxygène suffisamment faible pour bon nombre des applications envisagées. Et l'on voit notamment que même en ayant supprimé la dépression à l'intérieur de l'enceinte créée par l'aspiration centrale, ces systèmes sont insuffisamment performants dans les conditions opératoires (notamment de vitesse de défilement) testées.

On peut avancer l'hypothèse que ce résultat peut s'expliquer par la suppression de l'injection du mélange de gaz de traitement à l'intérieur de l'enceinte, qui participe à l'obtention d'une faible concentration en oxygène, mélange de traitement dont l'injection avait été arrêtée pour ces essais (fort logiquement puisque l'application visée ici est une application de réticulation UV).

La présente invention s'attache donc à proposer un nouvel équipement de réticulation Ultra Violette ou par faisceau d'électrons, dont la conception permet de réduire sensiblement la concentration d'oxygène régnant à l'intérieur de l'enceinte.

L'équipement selon l'invention est basé sur l'utilisation de deux dispositifs en entrée et en sortie d'enceinte (voir figure 2 ci-dessous) :

- le dispositif d'entrée est constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un système de labyrinthe, une fente d'injection de gaz et un canal.

- le dispositif en sortie d'enceinte est avantageusement constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal, une fente d'injection de gaz et un système de labyrinthe.

A titre illustratif les valeurs suivantes de géométrie ont été notamment jugées satisfaisantes :

- Hauteur des gorges des labyrinthes égale à 4.5 mm.
- Largeur des dents des labyrinthes égale à 2 mm.
- Largeur des gorges des labyrinthes égale à 5 mm.
- Hauteur des canaux égale à 3 mm.
- Longueur des canaux égale à 38 mm.

La longueur du canal respecte préférentiellement la règle suivante :

Longueur  $\approx 6 \times$  hauteur du canal.

La hauteur du canal est avantageusement comprise entre 3 et 5 mm.

Dans cette configuration (disposition et géométrie des composants),

- 5 le dispositif en entrée d'enceinte a, on peut penser, une double fonction : du fait de la perte de charge créée par le labyrinthe d'entrée, l'azote injecté a tendance à se diriger vers l'intérieur de la chambre (enceinte) de réticulation, et permet de minimiser très fortement l'entrée d'air dans cette même enceinte. De même pour ce qui est du dispositif en sortie d'enceinte qui
- 10 permet de diriger de l'azote vers l'intérieur de l'enceinte et de limiter les rejets de gaz vers l'extérieur.

- Dans ce qui vient d'être décrit ci-dessus, il faut souligner que le dispositif d'entrée joue un rôle primordial, quant au dispositif de sortie, si sa présence pourrait être occultée ou à tout le moins simplifiée dans sa
- 15 structure pour certaines applications moins exigeantes (comme on va le voir ci-dessous), sa présence est fortement recommandée afin de travailler dans des conditions optimales d'atmosphère.

- La présente invention concerne alors une installation de réticulation d'un enduit tel qu'une encre ou un vernis par rayonnement Ultra Violet ou
- 20 par faisceau d'électrons, en présence d'un mélange gazeux à teneur résiduelle en oxygène contrôlée, l'installation comprenant une enceinte qui comprend une ou plusieurs lampes UV ou une source d'électrons accélérés, nécessaires à la réalisation de l'opération de réticulation, se caractérisant en ce qu'elle comporte un dispositif d'entrée attenant à l'enceinte
- 25 comprenant au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un système de labyrinthe, des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux et un canal.

L'installation selon l'invention pourra par ailleurs adopter l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- 30 - l'installation comporte un dispositif de sortie attenant à l'enceinte et constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal (« canal de sortie »), des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux et un moyen de

création d'une perte de charge tel qu'un profilé lisse de hauteur inférieure à celle dudit canal de sortie.

- l'installation comporte un dispositif de sortie attenant à l'enceinte et constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement  
5 par le produit défilant à traiter : un canal, des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux et un système de labyrinthe.

- ledit dispositif d'entrée comprend au moins les cinq composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal, une  
1ere fente d'injection de gaz, un labyrinthe, une 2d fente d'injection de gaz,  
10 suivie d'un second canal.

- lesdits moyens pour injecter du gaz inerte en formant un couteau gazeux comprennent une fente d'injection de gaz à parois planes débouchant à l'intérieur du dispositif d'entrée ou de sortie concerné.

- le rapport entre la longueur et la hauteur d'au moins l'un desdits  
15 canaux est au moins égal à 3, préférentiellement au moins égal à 6.

La notion de « labyrinthe » et de « canal » selon la présente invention fait référence aux notions de « labyrinthe » et de « canal » déjà utilisées dans le document antérieur WO 02/40738 déjà discuté plus haut, également au nom de la Demanderesse.

20 Et donc comme bien figuré sur les figures ci-dessous, la notion de « labyrinthe » concerne un système de gorges ouvertes en vis-à-vis de l'espace intérieur du dispositif d'entrée ou de sortie concerné et formant un labyrinthe.

La figure 3 ci-après rapporte le résultat d'essais de mise en œuvre  
25 d'un équipement conforme à l'invention, comportant les systèmes d'entrée/sortie décrits dans le cadre de la figure 2, essais qui ont consisté à mesurer la teneur en oxygène au milieu de l'enceinte, à environ 5 mm du rouleau traité, pour des vitesses comprises entre 50 et 250 m/min et des injections d'azote dans chacun des dispositifs d'entrée/sortie d'environ 1,4  
30 à 3,25 Normaux Litres/m<sup>2</sup>. (l'abréviation « NI/m<sup>2</sup> » utilisée sur les figures doit être comprise comme désignant effectivement des Normaux Litres/m<sup>2</sup> de substrat traité).

On note donc sur la figure 3 la présence de trois courbes :

- la courbe en «  $\diamond$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 2,8 Normaux Litres /m<sup>2</sup> ;

- la courbe en «  $\square$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 4,64 Normaux Litres /m<sup>2</sup> ;

5        - la courbe en «  $\triangle$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 6,5 Normaux Litres /m<sup>2</sup> .

Les résultats des mesures montrent que la teneur en oxygène varie d'environ 34 à 380 ppm selon les conditions de vitesse et de débits d'azote pratiquées.

10       Ces essais démontrent qu'une atmosphère inerte d'azote comportant moins de 50 ppm d'oxygène résiduel a été obtenue dans l'enceinte de l'équipement conforme à la présente invention, avec une consommation de gaz tout à fait acceptable puisque comprise entre 4,6 et 6,5 Normaux Litres /m<sup>2</sup>.

15       Cette amélioration est très significative par rapport aux solutions existantes énumérées précédemment.

Ainsi la figure 4 permet de visualiser les résultats déjà évoqués plus haut, tels qu'obtenus avec un équipement antérieur muni de dispositifs à l'entrée et à la sortie conformes à la figure 1.

20       On note donc sur la figure 4 la présence de trois courbes :

- la courbe en «  $\diamond$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 2,8 Normaux Litres /m<sup>2</sup> ;

- la courbe en «  $\square$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 4,6 Normaux Litres /m<sup>2</sup> ;

25       - la courbe en «  $\triangle$  » pour un débit global (entrée + sortie) voisin de 6,5 Normaux Litres /m<sup>2</sup>.

Comme on l'avait déjà indiqué plus haut, ces résultats de mesures montrent que la concentration en oxygène se situe entre 6000 et 8000 ppm selon la vitesse utilisée pour le débit global de 2,8 Normaux Litres /m<sup>2</sup>.

30       L'utilisation de débits d'azote plus élevés (3,25 Normaux Litres /m<sup>2</sup> dans chaque dispositif d'entrée/sortie, débit global de 6,5 Normaux Litres /m<sup>2</sup>) permet de réduire cette concentration à environ 3000 ppm.



La figure 5 permet quant à elle de visualiser une comparaison des résultats obtenus dans le cadre de la figure 3 avec ceux obtenus dans le cadre de la figure 4. L'axe en ordonnées représente la réduction (en %) de la teneur en oxygène réalisée grâce à l'équipement conforme à l'invention.

- 5 La réduction du taux d'oxygène «  $dO_2/O_2$  » exprimée en % est définie par la relation suivante :

$$dO_2/O_2 = ((O_2 \text{ figure 4} - O_2 \text{ figure 3}) / O_2 \text{ figure 4}) \times 100$$

- On constate alors que la réduction du taux d'oxygène résiduel dans l'enceinte est d'au moins 94% avec les mêmes paramètres de vitesse et de débits d'azote, elle atteint même 98 à 99 % dans le cas des débits les plus élevés.
- 10

Les figures 6 et 7 illustrent une autre configuration d'équipement conforme à l'invention.

- Dans cette configuration, le dispositif en entrée d'enceinte (représenté en figure 6) a été modifié, il est ici constitué de cinq composants. Successivement : un canal, une (1ere) fente d'injection de gaz, un labyrinthe, une (2d) fente d'injection de gaz suivie d'un autre canal.
- 15

- Pour sa part le dispositif de sortie d'enceinte (figure 7) est identique à celui de la figure 2, tel que constitué de trois composants successifs : un canal, une fente d'injection d'azote suivie d'un labyrinthe.
- 20

- L'orientation des fentes d'injection d'azote par rapport au rouleau est, pour le mode de réalisation représenté, d'environ 90° pour la 1ere fente du dispositif d'entrée et de 45° pour la 2d fente du dispositif d'entrée. La largeur des fentes est respectivement voisine de 0,2 mm pour la 1ere fente et 0,4 mm pour la 2d fente. La distance entre le dispositif d'entrée et le rouleau est voisine de 0,8 mm.
- 25

- L'orientation de la fente d'injection d'azote du dispositif de sortie est d'environ 90° par rapport au rouleau et sa largeur d'environ 0,3 mm. La distance entre le dispositif de sortie et le rouleau de support est voisine de 0,8 mm.
- 30

La configuration illustrée par ce mode de réalisation permet une efficacité encore améliorée dans le décollement de la couche limite d'air située à la surface du film (par rapport à la configuration précédemment

décrite en liaison avec la figure 2), et donc une meilleure assurance que l'air véhiculé à la surface du film ne pénétrera pas dans l'enceinte de traitement.

On peut en fait concevoir le dispositif d'entrée de la figure 6 comme une combinaison des dispositifs d'entrée de la figure 1 et de la figure 2 :

5 - la première fente d'injection, de par sa position en amont du labyrinthe, tend à diriger le gaz vers l'amont et donc à repousser les entrées d'air ;

10 - la seconde fente d'injection, de par sa position en aval du labyrinthe, tend à diriger le gaz vers l'aval et donc à remplir de gaz l'enceinte.

Afin de mesurer l'efficacité de ce dernier mode de réalisation, des expérimentations sur le contrôle d'atmosphère dans une enceinte équipée de dispositifs d'entrée/sortie tels que ceux illustrés en liaison avec les figures 6 et 7 ont été effectuées. Les résultats sont regroupés dans le tableau 1 ci-dessous.

Vitesse du film (m/min)	100	150	200	250
Débit d'azote fente N°1 (Normaux m <sup>3</sup> /h)	10	10	10	10
Débit d'azote fente N°2 (Normaux m <sup>3</sup> /h)	10	10	10	10
Débit d'azote fente N°3 (Normaux m <sup>3</sup> /h)	25	35	50	62
Débit total (Normaux m <sup>3</sup> /h)	45	55	70	82
Débit total (Normaux litres/m <sup>2</sup> )	5,8	4,7	4,5	4,2
Teneur O <sub>2</sub> (ppm)	39	34	32	26

Les fentes N°1 et 2 correspondent à celles du dispositif d'entrée, tandis que la fente N° 3 correspond à celle du dispositif de sortie.

On note que sur le tableau on a indiqué les débit à la fois en Normaux  $\text{m}^3/\text{h}$  (comme c'est traditionnel) et en Normaux litres/ $\text{m}^2$  de film  
5 traité pour pouvoir continuer la comparaison avec les résultats présentés précédemment.

Les résultats montrent que grâce à l'équipement des figures 6 et 7, des traitements sous irradiation UV peuvent être effectués dans une atmosphère inerte d'azote contenant moins de 40 ppm d'oxygène, quelque  
10 soit la vitesse, avec un débit total d'azote compris entre 4,2 et 5,8 Normaux litres/ $\text{m}^2$  (donc en général inférieur aux débits requis dans le cadre du mode de réalisation de la figure 2).

-----

**REVENDEICATIONS**

1. Installation dans laquelle est réalisée une opération de réticulation d'un enduit tel qu'une encre ou un vernis par rayonnement Ultra Violet ou par faisceau d'électrons, en présence d'un mélange gazeux à teneur résiduelle en oxygène contrôlée, l'installation comprenant une enceinte qui comprend une ou plusieurs lampes UV ou une source d'électrons accélérés, nécessaires à la réalisation de l'opération de réticulation, se caractérisant en ce qu'elle comporte un dispositif d'entrée attendant à l'enceinte comprenant au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un système de labyrinthe, des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux et un canal.
2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comporte un dispositif de sortie attendant à l'enceinte et constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal (« canal de sortie »), des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux, et un moyen de création d'une perte de charge tel qu'un profilé lisse de hauteur inférieure à celle dudit canal de sortie.
3. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comporte un dispositif de sortie attendant à l'enceinte et constitué d'au moins les trois composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal, des moyens pour injecter un gaz inerte en formant un couteau gazeux et un système de labyrinthe.
4. Installation selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que ledit dispositif d'entrée comprend au moins les cinq composants suivants, vus successivement par le produit défilant à traiter : un canal, une 1ere fente d'injection de gaz, un labyrinthe, une 2d fente d'injection de gaz, suivie d'un second canal.

5. Installation selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que lesdits moyens pour injecter du gaz inerte en formant un couteau gazeux comprennent une fente d'injection de gaz à parois planes débouchant à l'intérieur du dispositif d'entrée ou de sortie concerné.

6. Installation selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le rapport entre la longueur et la hauteur d'au moins l'un desdits canaux est au moins égal à 3, préférentiellement au moins égal à 6.

-----

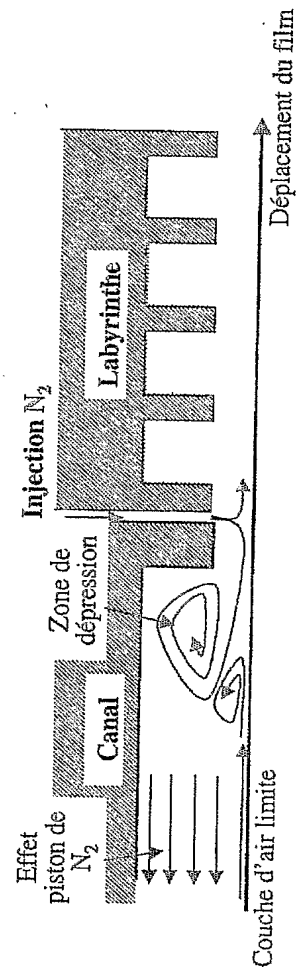
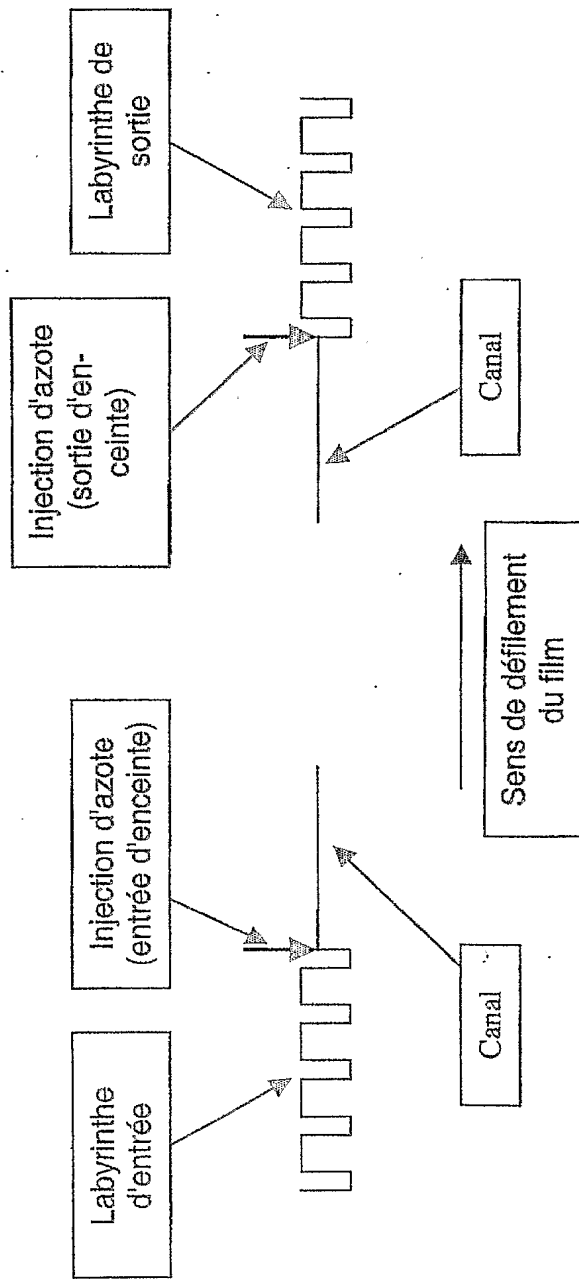
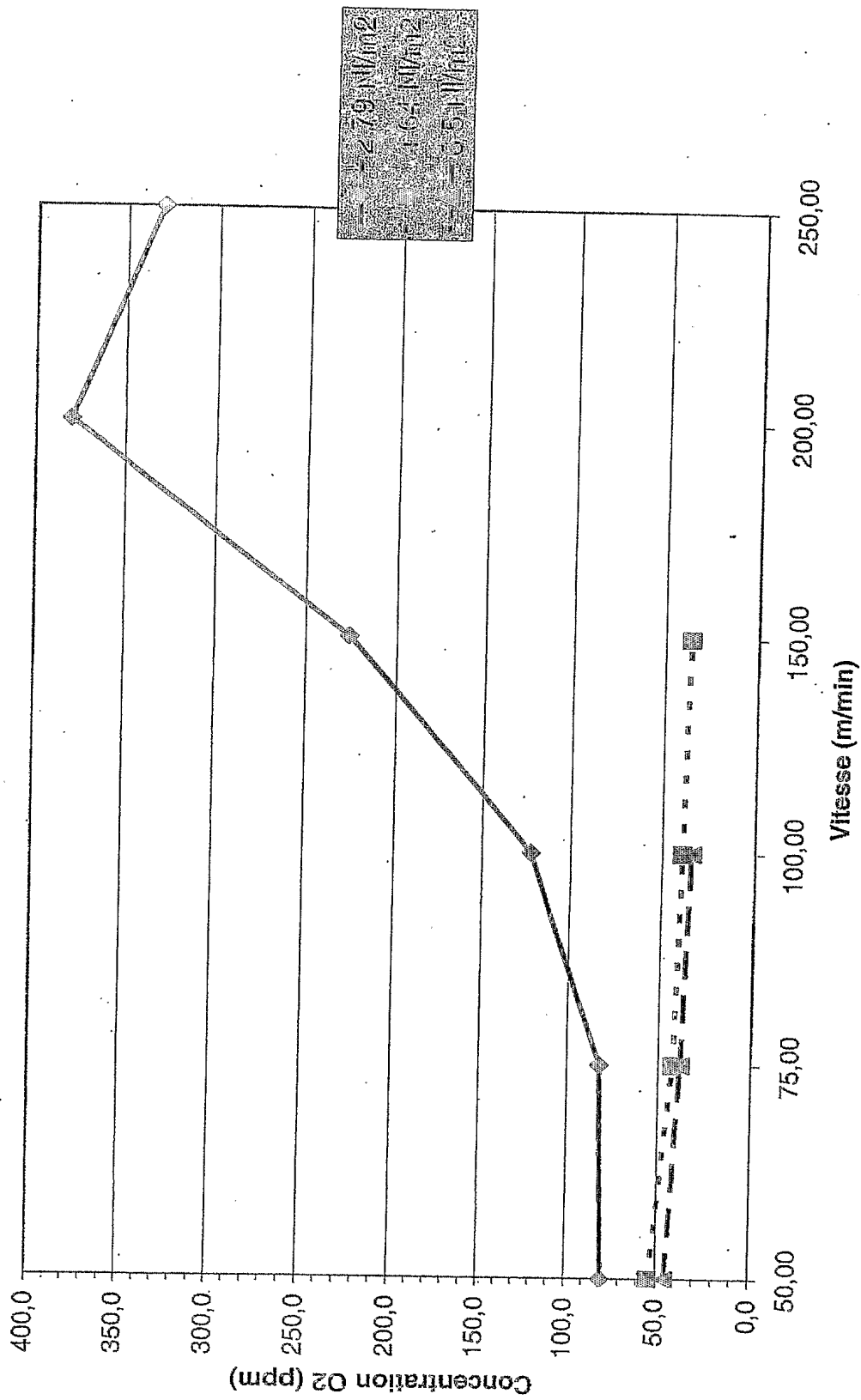


Figure 1



**Figure 2**

3/7

Figure 3



4/7

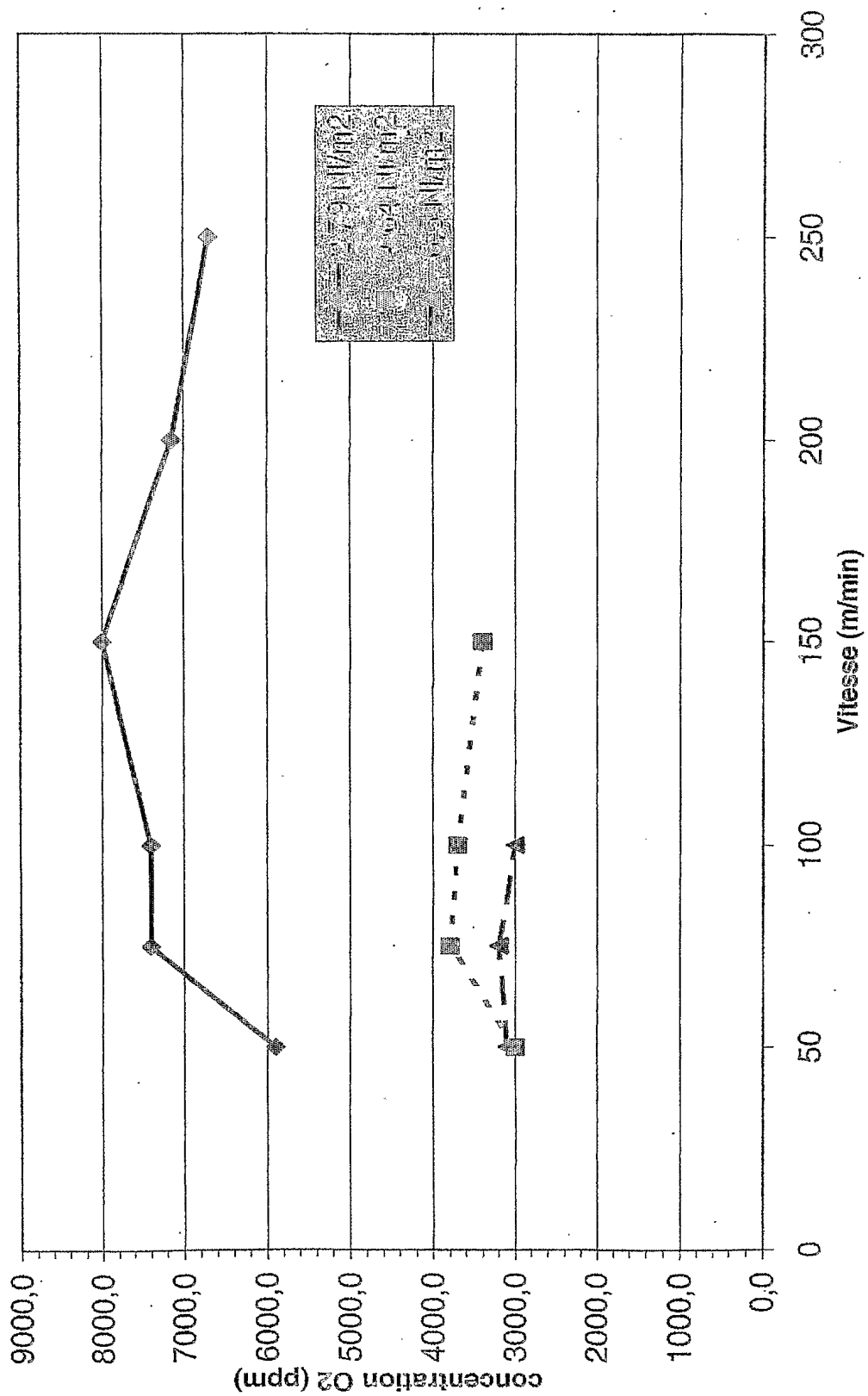


Figure 4

5/7

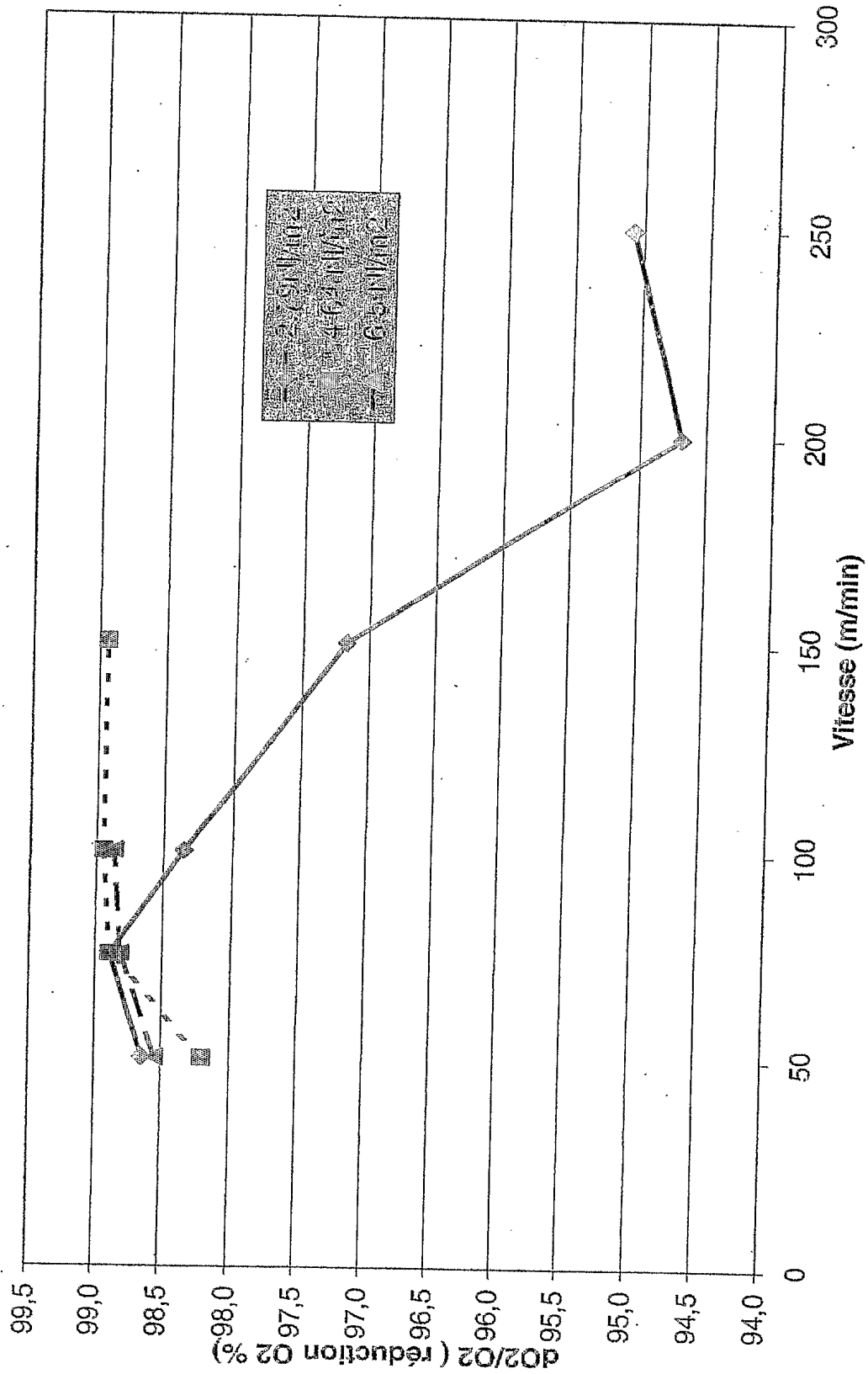
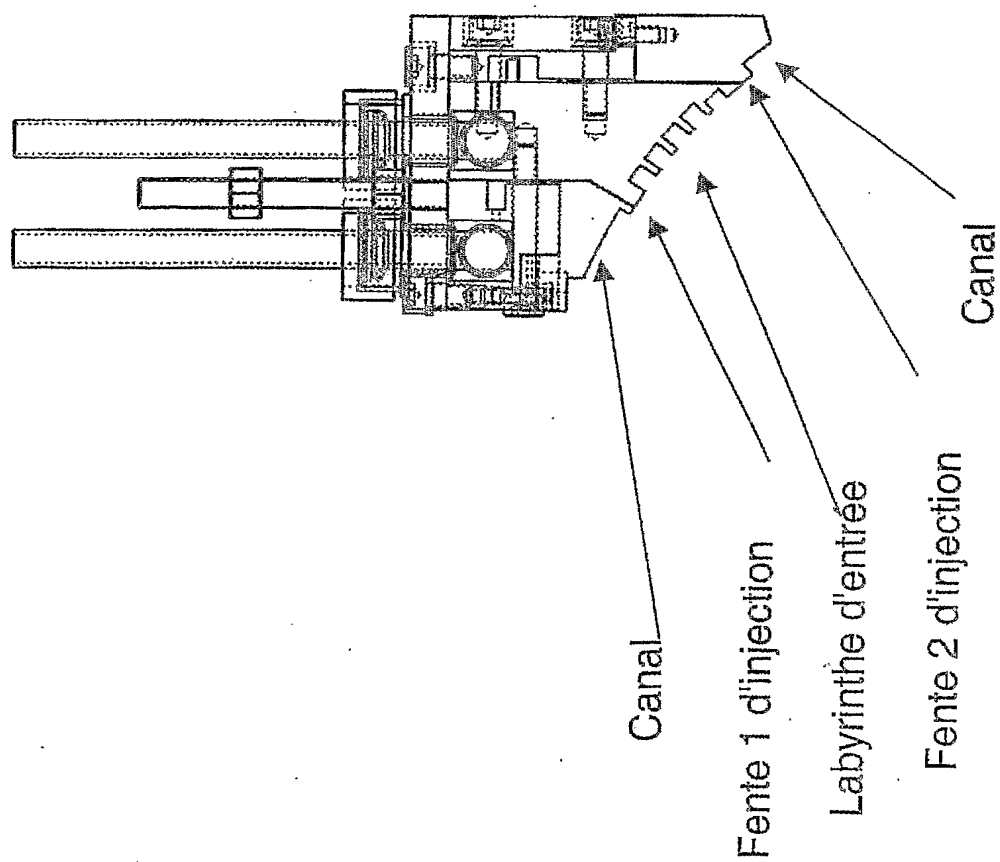


Figure 5

6/7

Figure 6



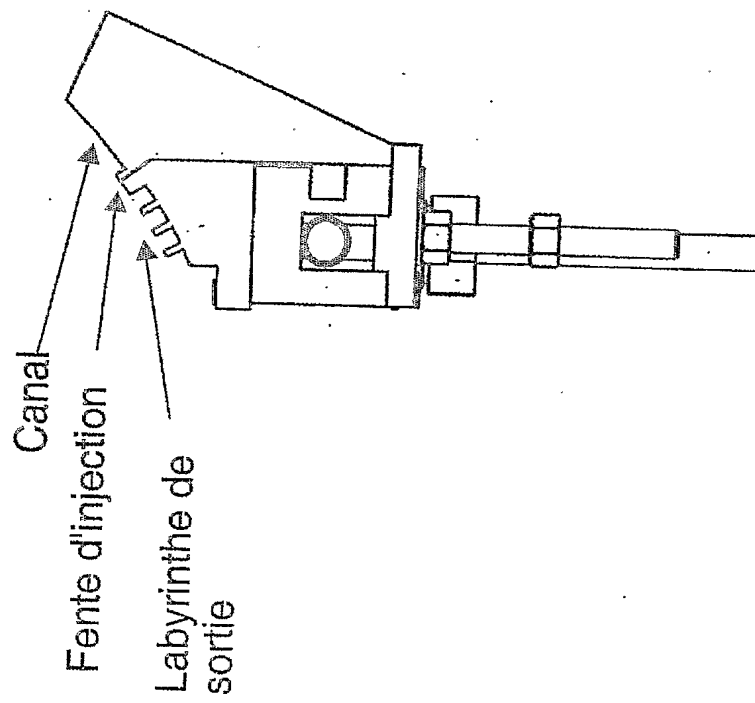


Figure 7



## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

### Désignation de l'inventeur

<b>Vos références pour ce dossier</b>	S6438FRSMBMR
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b>	
	Equipement de réticulation ultraviolette sous atmosphère contrôlée
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) OU LE(S) MANDATAIRE(S):</b>	
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S):</b>	
<b>Inventeur 1</b>	
Nom	COEURET
Prénoms	François
Rue	63 boulevard Beethoven
Code postal et ville	78280 GUYANCOURT
Société d'appartenance	
<b>Inventeur 2</b>	
Nom	RAMES-LANGLADE
Prénoms	Géraldine
Rue	47bis rue de Jouy
Code postal et ville	92370 CHAVILLE
Société d'appartenance	
<b>Inventeur 3</b>	
Nom	SPIZZICA
Prénoms	Andrea
Rue	via Roggia Renatella, 2/C
Code postal et ville	20063 CERNUSCO SUL NAVIGLIO
Société d'appartenance	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

#### Signé par

Signataire: FR, L' Air Liquide SA, S.Mellul-Bendelac

Emetteur du certificat: DE, D-Trust GmbH, D-Trust for EPO 2.0

#### Fonction

L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE (Demandeur 1)

PCT/FR2005/050040

